

การสังเคราะห์น้ำมันปาล์มซัลเฟอไรซ์
เพื่อใช้เป็นสารเติมแต่งในน้ำมันหล่อลื่น

นางสาวไสมวดี สุวรรณกิจบริหาร



จุฬาลงกรณ์มหาวิทยาลัย
CHULALONGKORN UNIVERSITY

วิทยานิพนธ์นี้เป็นส่วนหนึ่งของการศึกษาตามหลักสูตรปริญญาวิทยาศาสตรมหาบัณฑิต
สาขาวิชาปิโตรเคมี

บัณฑิตวิทยาลัย จุฬาลงกรณ์มหาวิทยาลัย

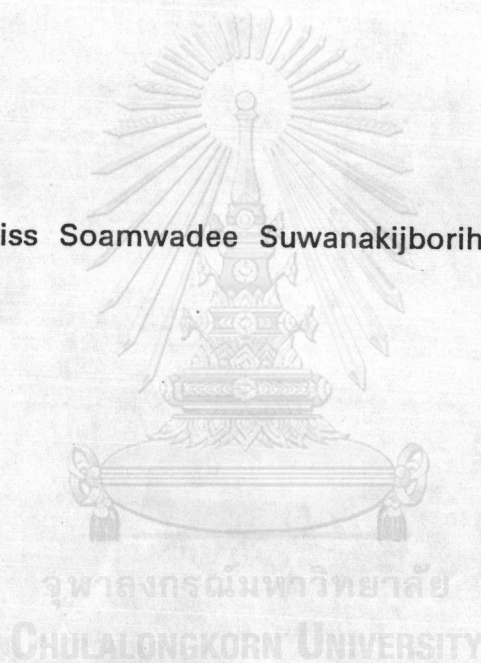
พ.ศ. 2536

ISBN 974-583-275-8

ลิขสิทธิ์ของบัณฑิตวิทยาลัย จุฬาลงกรณ์มหาวิทยาลัย

**SYNTHESIS OF SULFURIZED PALM OIL
AS A LUBRICANT ADDITIVE**

Miss Soamwadee Suwanakijboriharn



A Thesis Submitted in Partial Fulfillment of the Requirements

for the Degree of Master of Science

Program of Petrochemistry

Graduated School

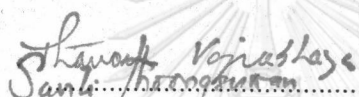
Chulalongkorn University

1993

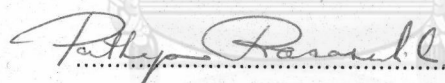
ISBN 974-583-275-8

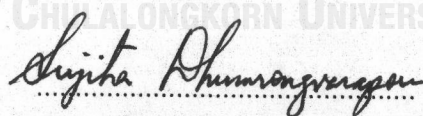
Thesis Title Synthesis of Sulfurized Palm oil as a Lubricant Additive
By Miss Soamwadee Suwanakijboraharn
Department Petro-Polymer Interprogram
Thesis Advisor Sujitra Dhumrongvaraporn, Ph.D.
Thesis Co-advisor Kraisri Dungpattra, MS.

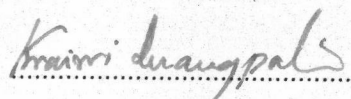
Accepted by the Graduate School, Chulalongkorn University in Partial
Fulfillment of the Requirements for a Master's Degree.

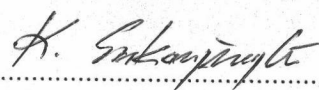

..... Dean of Graduate School
(Professor Thavorn Vajrabhaya, Ph.D.)

Thesis committee


..... Chairman
(Associate Professor Pattarapan Prasassarakich, Ph.D.)


..... Thesis Advisor
(Sujitra Dhumrongvaraporn, Ph.D.)


..... Thesis Co-advisor
(Kraisri Dungpattra, MS.)


..... Member
(Associate Professor Kroekchai Sukanjanajtee, Ph.D.)

โสภณ สุวรรณกิจบริหาร : การสังเคราะห์น้ำมันปาล์มซัลเฟอร์ไรซ์เพื่อใช้เป็นสารเติมแต่ง
ในน้ำมันหล่อลื่น (SYNTHESIS OF SULFURIZED PALM OIL AS A LUBRICANT
ADDITIVE) อ.ที่ปรึกษา : ดร.สุจิตรา ธารงวารารณ, อ.ที่ปรึกษาร่วม : นายไกรศรี
ดวงพัตรา, 111 หน้า. ISBN 974-583-275-8

น้ำมันปาล์มซัลเฟอร์ไรซ์ที่ใช้เป็นสารเติมแต่งในน้ำมันหล่อลื่นสังเคราะห์ได้จากกระบวนการ
ซัลเฟอร์ไรเซชัน ที่อุณหภูมิประมาณ 200 องศาเซลเซียสเป็นเวลา 2 ชั่วโมง ได้ผลิตภัณฑ์เป็นโพลีซัลไฟด์
เมื่อนำไปศึกษาสมบัติเชิงกายภาพจากการศึกษาพบว่า น้ำมันปาล์มซัลเฟอร์ไรซ์ที่มีปริมาณกำมะถัน 10-15
เปอร์เซ็นต์โดยน้ำหนักจะมีสมบัติทางการรับแรงกดได้ดี ปริมาณของน้ำมันปาล์มซัลเฟอร์ไรซ์ ความ-
เข้มข้นของน้ำมันปาล์มซัลเฟอร์ไรซ์และความหนืดของน้ำมันหล่อลื่นพื้นฐานจะมีผลต่อความสามารถในการ
รับแรงกดของแผ่นฟิล์มที่เคลือบอยู่บนผิวของโลหะ จากการทดลองพบว่าเมื่อปริมาณและความเข้มข้น
ของน้ำมันปาล์มซัลเฟอร์ไรซ์เพิ่มขึ้น จะทำให้แผ่นฟิล์มสามารถรับน้ำหนักแรงกดได้เพิ่มสูงขึ้น เมื่อพิจารณา
ในแง่การกัดกร่อนของโลหะทองแดง พบว่าน้ำมันที่สามารถรับน้ำหนักแรงกดได้สูงจะมีการกัดกร่อนของ
โลหะทองแดงสูงมาก จึงไม่เหมาะสมที่จะนำไปใช้ในทางปฏิบัติมากนัก เว้นแต่จะผสมในอัตราส่วนที่น้อย
ลงคือ มีอัตราส่วนความเข้มข้นของน้ำมันปาล์มซัลเฟอร์ไรซ์ไม่เกิน 0.5 เปอร์เซ็นต์โดยน้ำหนัก

จุฬาลงกรณ์มหาวิทยาลัย
CHULALONGKORN UNIVERSITY

ภาควิชา สาขาวิชา
ปีการศึกษา 2536

ลายมือชื่อนิติ
ลายมือชื่ออาจารย์ที่ปรึกษา
ลายมือชื่ออาจารย์ที่ปรึกษาร่วม

C485098 : MAJOR PETROCHEMISTRY

KEY WORD: SULFURIZED PALM OIL / LUBRICANT ADDITIVE / EXTREME-PRESSURE PROPERTY

SOAMWADEE SUWANAKIJBORIHARN : SYNTHESIS OF SULFURIZED PALM OIL

AS A LUBRICANT ADDITIVE. THESIS ADVISOR :

SUJITRA DHUMRONGVARAPORN, Ph.D., THESIS CO-ADVISOR :

KRAISRI DUNGPATTRA, MS. 111 pp. ISBN 974-583-275-8

Sulfurized palm oil as a lubricant additive was synthesized by sulfurized reaction at temperature 200 °C for 2 hours. The reaction yielded the polysulfide as a product. It was discovered that the sulfurized palm oil which contained 10-15 % by weight of total sulfur had a good physical property especially in load carrying capacity. The factor which affected the efficiency of extreme-pressure property of film on the metal surface were amount of sulfurized palm oil, concentration of sulfurized palm oil and viscosity of base oil. Regarding to the amount and concentration of sulfurized palm oil, the higher the concentration and amount, the higher the load carrying weight was. Besides, it was found that the higher the load carrying weight, the higher the corrosion took place. In application, the optimum concentration of total sulfur of sulfurized palm oil in base oil was not exceed 0.5 % by weight.

จุฬาลงกรณ์มหาวิทยาลัย
CHULALONGKORN UNIVERSITY

ภาควิชา.....สหสาขาปิโตรเคมี - โพลีเมอร์.....

สาขาวิชา.....ปิโตรเคมี.....

ปีการศึกษา..... 2536.....

ลายมือชื่อนิติบัตร *Soamwadee Suwanakijboriharn*

ลายมือชื่ออาจารย์ที่ปรึกษา *Sujitra Dhurmongvaraporn*

ลายมือชื่ออาจารย์ที่ปรึกษาร่วม *Kraisri Dungpattra*



ACKNOWLEDGEMENTS

I would like to express my sincere appreciation and gratitude to my advisor, Dr. Sujitra Dhumrongvaraporn and my co-advisor, Mr. Kraisri Dungpattra, for providing valuable advice, various techniques and useful papers concerning my thesis, encouragement throughout this study and proof of my thesis.

I am very grateful to the Lube Oil Laboratory of Shell Co. (Thailand) for the use of equipments, materials and excellent facilities. The great gratitude also express to the Lum Soon Co. for the starting materials. The spcial thanks are also extended to the thesis committee for their valuable comments.

Finally, thanks are due to my best friends and my family for their assistance and suggestions and to everyone who has contributed some supports for my successful thesis.

CONTENTS

	pages
ABSTRACT IN THAI	I
ABSTRACT IN ENGLISH	II
ACKNOWLEDGEMENTS	III
CONTENTS	IV
LIST OF FIGURES	VIII
LIST OF TABLES	X
ABBREVIATIONS	XI
CHAPTER 1 : INTRODUCTION	
1.1 General	1
1.2 Basic type of gears	2
1.2.1 Spur gears	3
1.2.2 Helical gears	4
1.2.3 Bevel gears	5
1.2.4 Worm gears	6
1.2.5 Hypoid gears	6
1.3 Gear oil lubricants	7
1.3.1 Base oils	10
1.3.2 Additives	11
1.3.2.1 Chemically inert additives.....	11
1.3.2.2 Chemically active additives.....	13
1.4 Palm oil	15
1.4.1 Origin and systematics	17
1.4.2 Formation and characteristics	18

CONTENTS (continued)

1.4.3 Properties	20
1.4.4 Extraction	23
1.4.5 Industrial Applications	26
1.5 Objective for this study	27
CHAPTER 2 : THEORETICAL CONSIDERATION AND LITERATUR REVIEW	
2.1 Introduction of sulfurization	29
2.2 Basic chemistry of the direct sulfurization of olefinic substances	30
2.3 The reaction mechanism	34
2.4 Theory of lubrication	35
2.5 Literature review	40
CHAPTER 3 : EXPERIMENTAL	
3.1 General information	
3.1.1 Instruments	46
3.1.2 Materials	46
3.1.3 Test methods	47
3.2 Procedure	
3.2.1 Synthesis of sulfuruized palm oil	
3.2.1.1 Typical sulfurization	48
3.2.1.2 Variation of reaction temperature	48
3.2.1.3 Variation of reaction time	48
3.2.1.4 Variation of sulfur concentration	49

CONTENTS (continued)

3.3 Characterization of palm oil and sulfurized palm oil	
3.3.1 Nuclear magnetic resonance (NMR) measurement	49
3.4 Analysis of physical properties of sulfurized palm oil	
3.4.1 Sulfur content	49
3.4.2 Viscosity, kinematic	50
3.4.3 Solubility tests	50
3.5 Analysis of physical properties of sulfurized palm oil in base oil	
3.5.1 Timken load extreme pressure	50
3.5.1.1 Variation of concentration of sulfurized palm oil in base oil A	51
3.5.1.2 Variation of viscosity of base oils	51
3.5.1.3 Variation of concentration of sulfurized palm oil	52
3.5.2 Copper corrosion	53
3.5.2.1 Variation of concentration of sulfurized palm oil	53
3.5.3 Viscosity, kinematic	54
3.5.4 Flash point	54
3.5.5 Pour point	54

CHAPTER 4 : RESULTS AND DISCUSSIONS

4.1 Synthesis of sulfurized palm oil	55
4.1.1 Effect of reaction temperature	55
4.1.2 Effect of reaction time	57
4.1.3 Effect of sulfur concentration	59

CONTENTS (continued)

4.2	Characterization	63
4.3	The extreme-pressure property of sulfurized palm oil	67
4.3.1	The effect of amount of sulfurized palm oil	68
4.3.2	The effect of viscosity of base oil	69
4.3.3	The effect of sulfur concentration	71
4.4	The physical properties of sulfurezed palm oil in base oil	
4.4.1	Effect of amount of sulfurized palm oil on copper corrosion	73
4.4.2	Other properties of sulfurized palm oil	75
CHAPTER 5 : CONCLUSION		80
REFERENCES		82
APPENDIX		
A.	Specification of palm oil	85
B.	Specification of base oil	87
C.	ASTM Testing	91
VITA		111

LIST OF FIGURE

Figure	Page
1.1 A gear.....	2
1.2 A spur gear.....	3
1.3 Helical gears.....	4
1.4 Bevel gears.....	5
1.5 A worm gear.....	6
1.6 A hypoid gear.....	7
1.7 Gear oil lubricants.....	8
1.8 Oil palm.....	16
1.9 Factory diagram.....	25
2.1 An intermolecular bridging of sulfurized jojoba.....	32
2.2 Molecular weight as a fuction of S content.....	33
2.3 Viscosity as a function of S content.....	33
2.4 Basis types of lubrication.....	36
2.5 Chemisorption of stearic acid on iron-iron oxid substrate.....	38
2.6 Inorganic film of iron sulphide on iron formed by sulfur in the oil.....	39
2.7 Percent double bonds as a function of S content.....	42
2.8 Viscosity as a function of temperature.....	42
4.1 The total sulfur of sulfurized palm oil at various reaction temperature.....	57
4.2 The total sulfur of sulfurized palm oil at various reaction time.....	59
4.3 The total sulfur of sulfurized palm oil at various sulfur concentration.....	61
4.4 The viscosity of sulfurized palm oil at various sulfur concentration.....	62
4.5 ¹ H-NMR spectrum of sulfurized palm oil.....	64
4.6 IR (NaCl) spectrum of sulfurized palm oil.....	66

LIST OF FIGURE (Continued)

Figure	Page
4.7 $^1\text{H-NMR}$ spectrum of sulfurized palm oil.....	66
4.8 The EP property in various amount of sulfurized palm oil.....	69
4.9 The EP property in various viscosity of base oil.....	71
4.10 The EP property in various concentration of sulfurized palm oil.....	73
4.11 The corrosion in various concentration of sulfurized palm oil.....	75
4.12 The flash point and pour point in various concentration of sulfurized palm oil.....	79

LIST OF TABLE

Table	Page
1.1 Physical and chemical properties of palm oil.....	21
1.2 The composition of the mixed fatty acids in palm oil.....	21
1.3 Quality characteristic requirements of palm oil.....	22
2.1 Production of the reaction of octane-1 with sulfur at 140 ⁰ C.....	31
3.1 EP Properties of sulfurized palm oil with various viscosity of base oil.....	52
3.2 EP Properties of sulfurized palm oil with various concentration of sulfurized palm oil.....	53
4.1 Effect of reaction temperature.....	56
4.2 Effect of reaction time.....	58
4.3 Effect of sulfur concentration.....	60
4.4 The assignment for ¹ H-NMR spectrum of palm oil.....	64
4.5 The assignment for IR (NaCl) spectrum of sulfurized palm oil.....	65
4.6 The assignment for ¹ H-NMR spectrum of sulfurized palm oil.....	67
4.7 The EP Property in various amount of sulfurized palm oil	68
4.8 The EP Property in various viscosity of base oil.....	70
4.9 The EP Property in various concentration of sulfurized palm oil.....	72
4.10 Corrosion in various concentration of sulfurized palm oil.....	74
4.11 Properties of synthesis of sulfurized palm oil.....	76

ABBREVIATIONS

IR	=	Infrared
NMR	=	Nuclear Magnetic Resonance
SPO	=	Sulfurized palm oil
g	=	gram
S	=	Sulfur
EP	=	Extreme pressure
CR	=	Corrosion
hrs	=	hours
FFA	=	Free Fatty Acid
IV	=	Iodine Value
VI	=	Viscosity Index
HVI	=	High Viscosity Index
GLC	=	Gas Liquid Chromatography



จุฬาลงกรณ์มหาวิทยาลัย
CHULALONGKORN UNIVERSITY